Группа Л59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

Методы определения примеси фосфатов

ГОСТ 10671.6—74

Reagents. Methods for determination of phosphates

МКС 71.040.30
ОКСТУ 2609

Дата введения 01.07.75

Настоящий стандарт распространяется на химические реактивы и устанавливает методы определения примеси фосфатов в неокрашенных растворах реактивов:

по окраске молибденовой сини с восстановлением аскорбиновой кислотой;

по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса;

по окраске молибденовой сини с восстановлением 2-водным хлоридом олова (II).

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

1а. ОБЩИЕ УКАЗАНИЯ

1а.1. Общие указания и требования к методам анализа — по ГОСТ 27025 и ГОСТ 10671.0.

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200г и ВЛКТ-500г-М или ВЛЭ-200г.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

1а.2. Масса навески анализируемого реактива, проведение предварительной обработки навески, масса фосфатов в растворах сравнения, соответствующая норме, должны быть указаны в нормативно-технической документации на анализируемый реактив.

1а.3. Масса фосфатов в навеске анализируемого реактива должна быть:

0,002—0,020 мг при определении по окраске молибденовой сини с восстановлением аскорбиновой кислотой;

0,01—0,10 мг при определении по желтой окраске фосфорнованадиевомолибденового комплекса.

1а.4. При взвешивании навески анализируемого реактива и навесок реактивов для приготовления растворов, используемых при анализе, результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака.

1а.2—1а.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

1а.5. Определение проводят не менее чем из двух параллельных навесок.

1а.6. При проведении определения после добавления каждого реактива растворы перемешивают.

1а.5, 1а.6. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

1а.7. Применяемый метод и необходимые условия определения должны быть предусмотрены в нормативно-технической документации на анализируемый реактив.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1а.8. Фотометрические определения проводят на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре при соответствующих длинах волн.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

1а.9. Если при растворении или разложении навески анализируемого реактива применяют реактивы, в состав которых входит примесь фосфатов, то вводят поправку, устанавливаемую контрольным опытом.

1а.10. При хранении растворов реактивов (если нет указаний об ограничении сроков хранения их) при помутнении, образовании хлопьев или осадка раствор заменяют свежеприготовленным.

1а.11. Определение примесей фосфатов необходимо проводить в помещении, изолированном от помещений, в которых работают с кислотами и легколетучими солями, содержащими фосфаты.

1а.8—1а.11. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

1а.12. Для нейтрализации применяют растворы аммиака или соляной (азотной) кислоты по универсальной индикаторной бумаге (проба на вынос), если в нормативно-технической документации на анализируемый реактив нет других указаний.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

1а.13. При визуальном определении (кроме метода, описанного в разд.4) готовят три раствора сравнения. В первом растворе масса примеси фосфатов соответствует норме, во втором составляет 0,5 нормы, в третьем — 2 нормы. Если масса фосфатов в растворе сравнения (0,5 нормы или 2 нормы) не укладывается в пределы, указанные в п. 1а.3, то эти растворы не готовят. Для минимальной нормы не готовят второй раствор, для максимальной — третий.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

1. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПО ОКРАСКЕ МОЛИБДЕНОВОЙ СИНИ С ВОССТАНОВЛЕНИЕМ АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТОЙ

Метод основан на образовании фосфорномолибденового комплекса и последующем восстановлении его аскорбиновой кислотой до молибденовой сини.

Масса кремнекислоты в анализируемой пробе не должна превышать 0,1 мг SiO_2.

1.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа.

Колба 2—25—2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2—50—18(22) ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 1(2), 5(10), 20 и 25 мм³.

Цилиндр 1(3)—25(50)—2 и 2—25(50)—2 по ГОСТ 1770.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, раствор с массовой долей 5 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий сурьма (III) оксид тартрат (калий антимонил виннокислый) 0,5-водный по ТУ 6—09—08—1958, раствор с массовой долей 0,3 %, свежеприготовленный.

Кислота аскорбиновая, раствор с массовой долей 2 %, свежеприготовленный.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 22 %; готовят по ГОСТ 4517.

Смесь реактивов; готовят следующим образом: к 50 см³ раствора серной кислоты прибавляют 15 см³ раствора молибденовокислого аммония, 5 см³ раствора 0,5-водного виннокислого антимонила калия, 30 см³ раствора аскорбиновой кислоты, 25 см³ воды и перемешивают. Раствор устойчив в течение суток.

Раствор, содержащий PO_4; готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением его готовят растворы массовых концентраций 0,01 мг/см³ и 0,005 мг/см³ PO_4. Разбавленный раствор применяют свежеприготовленным.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

1.2. Фотометрическое определение

1.2.1. *Построение градуировочного графика*

Готовят растворы сравнения. Для этого в мерные колбы помещают растворы, содержащие 0,002; 0,005; 0,010; 0,015; 0,020 мг PO_4, доводят объемы растворов водой до 20 см³ и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий PO_4.

В каждый раствор прибавляют 4 см³ раствора смеси реактивов, доводят объемы растворов водой до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность растворов сравнения по отношению к контрольному раствору на фотоэлектроколориметре при длине волны 670—730 нм λ_{max} (720 нм) в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм или на спектрофотометре при максимальной длине волны 880 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

По полученным данным строят градуировочный график.

1.2.2. *Проведение анализа*

20 см³ нейтрального анализируемого раствора помещают пипеткой в мерную или коническую колбу, прибавляют 4 см³ раствора смеси реактивов, доводят объем раствора водой до метки (или прибавляют 1 см³ воды при проведении анализа в конической колбе) и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к контрольному, приготовленному одновременно так же, как при построении градуировочного графика. По полученному значению оптической плотности, пользуясь графиком, находят массу фосфатов в анализируемом реактиве в миллиграммах.

Окраска устойчива в течение 2 ч.

1.3. Визуальное определение

Визуальное определение проводят в конических колбах вместимостью 50 см³ (с меткой на 25 см³) или в цилиндрах.

При визуальном определении анализируемый раствор сравнивают с растворами сравнения, приготовленными одновременно с анализируемым по п. 1а.13. При этом наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора должна быть не интенсивнее окраски раствора сравнения, содержащего в том же объеме массу фосфатов в миллиграммах, соответствующую установленной в нормативно-технической документации норме на анализируемый реактив и те же количества реактивов, что и при фотометрическом определении.

1.4. Обработка результатов

За результат анализа при фотометрическом определении принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми (d) не превышает допускаемое расхождение, указанное в табл. 1.

Допускаемая относительная суммарная погрешность (Δ) результата анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ приведена в табл. 1.

Таблица 1

Найденная масса фосфатов, мг	d, мг	Δ, %
От 0,002 до 0,005 включ.	0,0005	±15
Св. 0,005 » 0,020 »	0,001	±10

1.2—1.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

Разд. 2. **(Исключен, Изм. № 1).**

3.МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПО ЖЕЛТОЙ ОКРАСКЕ ФОСФОРНОВАНАДИЕВОМОЛИБДЕНОВОГО КОМПЛЕКСА

Метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет фосфорнованадиевомолибденового комплекса.

Масса кремнекислоты в анализируемой пробе не должна превышать 0,5 мг SiO_2.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа.

Колба 2—25—2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2—50—18(22) ТХС или Кн-1—50—14/23 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 1(2), 5(10) и 25 см³.

Цилиндр 1(3)—25(50)—2 по ГОСТ 1770.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, х.ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор с массовой долей 25 %; готовят по ГОСТ 4517.

п-Нитрофенол, раствор с массовой долей 0,2 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Реактив для определения фосфатов; готовят по ГОСТ 4517.

Раствор, содержащий PO_4; готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят раствор, содержащий 0,01 мг PO_4 в 1 см³. Разбавленный раствор применяют свежеприготовленным.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.2. Фотометрическое определение

3.2.1. *Построение градуировочного графика*

Готовят растворы сравнения. Для этого в мерные колбы помещают растворы, содержащие 0,01; 0,02; 0,05; 0,08; 0,10 мг PO_4, доводят растворы до объема около 12 см^3 и перемешивают.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий PO_4.

В каждый раствор прибавляют 10 см^3 раствора реактива для определения фосфатов, доводят объемы растворов водой до метки и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность растворов сравнения по отношению к контрольному раствору на фотоэлектроколориметре при длине волны 400—440 нм или спектрофотометре при длине волны 410 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

По полученным данным строят градуировочный график.

3.2.2. *Проведение анализа*

15 см^3 нейтрального анализируемого раствора (для нейтрализации применяют раствор азотной кислоты или раствор аммиака в присутствии 1—2 капель раствора *п*-нитрофенола) помещают в мерную колбу, прибавляют 10 см^3 реактива для определения фосфатов и перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к контрольному, приготовленному так же, как при построении градуировочного графика. По полученному значению оптической плотности, пользуясь графиком, находят массу фосфатов в анализируемом реактиве в миллиграммах.

3.3. Визуальное определение

Визуальное определение проводят в конических колбах вместимостью 50 см^3 (с меткой на 25 см^3) или цилиндрах с пришлифованными пробками.

При визуальном определении анализируемый раствор сравнивают с растворами сравнения, приготовленными одновременно с анализируемым по п. 1а.13. При этом наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора должна быть не интенсивнее окраски раствора сравнения, содержащего в том же объеме массу фосфатов в миллиграммах, соответствующую установленной в нормативно-технической документации норме на анализируемый реактив и те же количества реактивов, что и при фотометрическом определении.

3.4. Обработка результатов

За результат анализа при фотометрическом определении принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми (d) не превышает допускаемое расхождение, указанное в табл. 3.

Допускаемая относительная суммарная погрешность (Δ) результата анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ приведена в табл. 3.

Таблица 3

Найденная масса фосфатов, мг	d, мг	Δ, %
От 0,01 до 0,05 включ.	0,004	±30
Св. 0,05 » 0,08 »	0,005	±20
» 0,08 » 0,10 »	0,01	±10

3.2—3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4. ВИЗУАЛЬНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПО ОКРАСКЕ МОЛИБДЕНОВОЙ СИНИ С ВОССТАНОВЛЕНИЕМ 2-ВОДНЫМ ХЛОРИДОМ ОЛОВА (II)

4.1. Фосфаты

К указанному объему анализируемого раствора добавляют 5 см^3 раствора молибдата аммония с массовой долей 10 %. Доводят pH раствора до 1,8 и нагревают раствор до кипения. Охлаждают, добавляют 12,5 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 15 % и экстрагируют 20 см^3 диэтилового эфира. Органический слой промывают раствором соляной кислоты с массовой долей 5 % и восстаналивают молибденофосфатный комплекс добавлением 0,2 см^3 раствора двухводного хлорида олова (II) с массовой долей 2 % в растворе соляной кислоты. Сравнивают интенсивность синего окрашивания полученного органического слоя с интенсивностью окрашивания органического слоя,

полученного при аналогичной обработке соответствующего раствора сравнения, содержащего фосфаты.

4.2. Растворы, используемые при испытаниях

Для приготовления растворов используют дистиллированную или деминерализованную воду.

4.2.1. *Основной раствор сравнения*

Раствор, содержащий фосфаты, готовят следующим образом: 1,43 г KH_2PO_4 растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$, доводят до метки и перемешивают; 1 $см^3$ раствора содержит 0,001 г PO_4.

4.2.2. *Разбавленные растворы сравнения*

Разбавленные растворы сравнения I, II и III готовят непосредственно перед использованием путем разбавления основного раствора сравнения (п. 4.2.1) в мерных колбах соответствующего объема, причем точное соотношение объемов должно составлять 1/10, 1/100, 1/1000, соответственно.

Разд. 4. **(Введен дополнительно, Изм. № 3).**

ПРИЛОЖЕНИЕ. **(Исключено, Изм. № 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 05.08.74 № 1885

3. ВЗАМЕН ГОСТ 10671—63 в части разд. X—XII

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта
ГОСТ 1770—74	1.1; 3.1
ГОСТ 3760—79	3.1
ГОСТ 3765—78	1.1
ГОСТ 4204—77	1.1
ГОСТ 4212—76	1.1; 3.1
ГОСТ 4461—77	3.1
ГОСТ 4517—87	1.1; 3.1
ГОСТ 4919.1—77	3.1
ГОСТ 6709—72	1.1; 3.1
ГОСТ 10671.0—74	1а.1
ГОСТ 25336—82	1.1; 3.1
ГОСТ 27025—86	1а.1
ТУ 6—09—08—1958—88	1.1

5. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 20.10.92 № 1418

6. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в марте 1980 г., июне 1989 г., октябре 1992 г. (ИУС 5—80, 9—89, 1—93)

gost.e-ecolog.ru